



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4026—2014

日用玻璃产品中铝、铁、钙、镁、钠、 钾、钛、铅、镉、硅、锌、铜的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of aluminium, iron, calcium, magnesium, sodium, potassium,
titanium, lead, cadmium, silicon, zinc, copper in the glass—Inductively coupled
plasma atomic emission spectrometry

2014-11-19 发布

2015-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张苗、张丽、项海波、许宏民、许健、孙计赞、陶琳、苗贵东、王乐、王克刚。

日用玻璃产品中铝、铁、钙、镁、钠、 钾、钛、铅、镉、硅、锌、铜的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了日用玻璃产品中铝、铁、钙、镁、钠、钾、钛、铅、镉、硅、锌、铜的等离子体发射光谱(ICP)测定方法。

本标准适用于日用玻璃产品以及与之相似的产品中铝、铁、钙、镁、钠、钾、钛、铅、镉、硅、锌、铜等元素含量的测定。

测定范围见表1。

表 1

元素	测定范围/(g/kg)
Al	0.025~76.12
Fe	0.002 1~8.52
Ca	0.003 5~118.69
Mg	0.018~33.26
Na	0.024~115.16
K	0.060~233.44
Ti	0.002 5~2.13
Pb	0.028~0.91
Cd	0.008 5~0.15
Si	0.018~334.02
Zn	0.005 3~3.16
Cu	0.002 6~0.085

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1347 钠钙硅玻璃化学分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样消解后,利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定日用玻璃产品中铝、铁、钙、镁、钠、钾、钛、铅、镉、硅、锌、铜元素含量。

4 试剂和材料

除另有规定外,在分析中所用的试剂均为优级纯,实验用水应使用符合 GB/T 6682 中规定的一级水,而且应该避免汗水、洗涤剂及尘埃等带来的污染。

4.1 硫酸:($\rho=1.84$ g/mL)。

4.2 氢氟酸:($\rho=1.298$ g/mL)。

4.3 硝酸:($\rho=1.42$ g/mL)。

4.4 盐酸:($\rho=1.20$ g/mL)。

4.5 无水碳酸钠。

4.6 盐酸溶液(1+1,体积比):取 50 mL 盐酸(4.4)加入 50 mL 水。

4.7 硫酸溶液(1+1,体积比):取 50 mL 硫酸(4.1)加入 50 mL 水。

4.8 硝酸溶液(1+5,体积比):取 50 mL 硝酸(4.3)加入 250 mL 水。

4.9 铝、铁、钙、镁、钠、钾、钛、铅、镉、硅、锌、铜标准储备溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$,采用国家认可有效期内的有证标准物质。

4.10 高纯氩气:99.99%以上。

5 主要仪器设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:仪器工作条件参见附录 A,推荐分析谱线参见附录 B。

5.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3 电炉:温度可调。

5.4 铂金坩埚:30 mL。

5.5 塑料容量瓶:100 mL。

注:所有器皿均需要以硝酸溶液(4.8)浸泡 24 h,用水反复冲洗,最后用水冲洗晾干后,方可使用。

6 分析步骤

6.1 样品制备

6.1.1 按照 GB/T 1347 进行试样制备,将玻璃样品敲成碎片后,置于振动磨中磨成粉末状,取出后用玛瑙研钵研细,粒径均小于 0.08 mm,储存在样品瓶中,备用。测量之前 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h 后称取使用。根据待测元素分别按照 6.1.2、6.1.3 进行处理,其中试样溶液 A 用于 Al、Fe、Ca、Mg、Na、K、Ti、Pb、Cd、Zn、Cu 的检测,试样溶液 B 用于 Si 的检测。

6.1.2 试样溶液 A 制备。称取试料约 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于铂金坩埚(5.4)中,用少量水润湿,加入 0.1 mL 硫酸溶液(4.7)和 1.0 mL 氢氟酸(4.2),置于低温电炉上蒸发至白烟冒尽,冷却。重复处理 1 次,逐渐升高温度,驱尽白烟。冷却,加 0.2 mL HCl 溶液(4.6)及 10 mL 水,加热溶解。再冷却后移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀,待测。此溶液为试样溶液 A,用于 Al、Fe、Ca、Mg、Na、K、Ti、Pb、Cd、Zn、Cu 的测定。同时做空白试液。

6.1.3 试样溶液 B 制备。称取试料约 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于铂金坩埚(5.4)中,加入 0.1 g 无水碳酸钠混匀后,在表面覆盖 0.1 g 无水碳酸钠(4.5),置于高温炉中先低温加热,后缓慢升温至 1 000 $^{\circ}\text{C}$,保持 20 min。使用铂金坩埚摇动坩埚,使熔融物均匀附着在坩埚底端,用 25 mL 热水浸取熔块,加 2.0 mL HCl 溶液(4.6)溶解。将蒸发皿置于沸水浴上蒸发至无刺激味,取下,冷却。将试样转入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度线,取 25 mL 定容至 100 mL,此溶液为试液 B,用于 Si 的测定。同

时做空白试液。

6.2 标准溶液的制备

按照实验要求及仪器规定，设置选定相应型号仪器的最佳分析条件，并调节仪器至最佳工作状态，用标准物质(4.9)分别逐级配置所测元素的系列标准工作曲线，参考表 2。按顺序测定标准系列溶液光谱强度，绘制工作曲线。标准曲线的线性相关系数应≥0.999(钙≥0.99)。

表 2 混合标准工作溶液的配制情况 单位为毫克每升

标准溶液系列	Al	Fe	Ca	Mg	Na	K	Ti	Pb	Cd	Si	Zn	Cu
STD1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
STD2	5	0.2	5	2	5	5	0.2	0.1	0.1	5	0.1	0.1
STD3	10	0.5	10	5	10	10	0.5	0.2	0.2	10	0.2	0.2
STD4	25	1	25	10	25	25	1	0.5	0.5	25	0.5	0.5
STD5	50	5	50	25	50	50	1.5	0.8	0.8	50	0.8	0.8
STD6	100	10	100	50	100	100	2	1	1	100	1	1
注：系列标准工作溶液中元素的具体浓度可根据仪器的灵敏度及样品中被测元素的实际含量作适当调整。												

6.3 检测

测量之前启动 ICP 预热 30 min 后进行检测。按照仪器操作规程，调整各种仪器工作参数。将混合标准工作液和试样液分别引入等离子体发射光谱仪，按照仪器测量程序测量，得到各待测元素光谱强度，由标准曲线查得样品中各元素的质量浓度。如果检测溶液中所含测定元素浓度超过工作曲线最高浓度值，则需要适当稀释后再测定。每个样品做两次平行测定。

7 结果计算

试样中各待测元素含量按照式(1)进行计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times K \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——样品中各待测元素的含量，单位为克每千克(g/kg)；
- c₁ ——从工作曲线上查得样品中各待测元素的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- c₀ ——从工作曲线上查得的各待测元素的空白浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- V ——测试的溶液体积，单位为毫升(mL)；
- K ——稀释倍数；
- m ——试样质量，单位为克(g)。

计算结果取两次测定结果的平均值，并按数字修约规则计算结果保留至小数点后 2 位，若含量<0.1 g/kg，保留到小数点后 3 位，含量小于 0.01 g/kg，保留到小数点后 4 位。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%。本方法的精密度见表 3。

SN/T 4026—2014

表 3 方法精密度

元素	<i>r</i>	<i>R</i>
Al	0.104	0.308
Fe	0.03	0.06
Ca	0.19	0.37
Mg	0.66	0.66
Na	0.41	0.83
K	0.34	1.84
Ti	0.000 7	0.000 8
Pb	0.004	0.013
Cd	0.004	0.012
Si	0.91	2.33
Zn	0.084	0.084
Cu	0.000 4	0.001 1

附 录 A
(资料性附录)
推荐的仪器工作条件

表 A.1 推荐的仪器工作条件

射频功率	0.9 kW	雾化器清洗时间	10 s
辅助气流量	1.5 L/min	稳定时间	15 s
冷却气流量	16 L/min	样品提升时间	30 s
雾化气流量	0.8 L/min	重复测定次数	3
泵速	25 r/min	氩气纯度	99.99%

SN/T 4026—2014

附 录 B
(资料性附录)
推荐分析谱线选择

表 B.1 推荐分析谱线选择

元素	分析波长/nm	元素	分析波长/nm
Al	308.215	Zn	213.857
Ca	317.933	Mg	285.213
Fe	238.204	Na	589.592
K	766.491	Ti	336.122
Pb	217.000	Cd	214.439
Si	251.611	Cu	327.395